PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6 : C11D 17/00	A2	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: **WO 99/25805** (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 27. Mai 1999 (27.05.99)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/07060

(22) Internationales Anmeldedatum: 5. November 1998 (05.11.98)

(30) Prioritätsdaten:
197 50 424.8 14. November 1997 (14.11.97) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten ausser US)*: HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; Henkelstrasse 67, D–40589 Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: BLOCHWITZ, Olaf [DE/DE]; Lorenzstrasse 4, D–39307 Genthin (DE). ASSMANN, Georg [DE/DE]; Dechant–Königs–Strasse 9, D–41363 Jüchen (DE). SYLDATH, Andreas [DE/DE]; Lottenstrasse 51, D–40789 Monheim (DE). KISCHKEL, Ditmar [DE/DE]; Schwanenstrasse 20, D–40789 Monheim (DE). SCHMID, Karl–Heinz [DE/DE]; Stifterstrasse 10, D–40822 Mettmann (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Veröffentlicht
Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.

(54) Title: IMPROVED METHOD FOR PRODUCING TENSIDE GRANULATES WITH A HIGHER BULK DENSITY

(54) Bezeichnung: VERBESSERTES VERFAHREN ZUM HERSTELLEN VON TENSIDGRANULATEN MIT EINEM HOHEN SCHÜTTGEWICHT

(57) Abstract

The invention relates to an improved method for producing tenside–containing granulates with a washing and cleaning action and a bulk density of over 500 g/l. The granulates are produced from a tenside formulation which does not contain a non–tenside liquid component and which is in a liquid to paste state at normal pressure at temperatures of between 20 and 80 °C, by granulation and simultaneous drying in a fluidized bed over a bottom provided with through openings for the incoming flow of fluidizing gas. The aim of the invention is to make this method more economical. To this end, the through openings are covered by a grid with a mesh size of less than 600 μm.

(57) Zusammenfassung

Bei einem Verfahren zum Herstellen wasch– und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid–Zubereitungsform, die eine nicht–tensidische Flüssigkomponente aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80 °C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas versehenen Anströmbodens soll die Wirtschaftlichkeit verbessert werden. Dazu wird vorgeschlagen, daß die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 μm ausgefüllt sind.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENT- UND MARKENAMT

(12) **Off nlegungsschrift**

(10) **DE 197 50 424 A 1**

(51) Int. Cl.[6]: **C 11 D 17/00**

(21) Aktenzeichen: 197 50 424.8
(22) Anmeldetag: 14. 11. 97
(43) Offenlegungstag: 20. 5. 99

(71) Anmelder:
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:
Blochwitz, Olaf, 39307 Genthin, DE; Aßmann, Georg, Dr., 41363 Jüchen, DE; Syldath, Andreas, Dr., 40789 Monheim, DE; Kischkel, Ditmar, 40789 Monheim, DE; Schmid, Karl-Heinz, Dr, 40822 Mettmann, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Verbessertes Verfahren zum Herstellen von Tensidgranulaten mit einem hohen Schüttgewicht

(57) Bei einem Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80°C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas versehenen Anströmbodens soll die Wirtschaftlichkeit verbessert werden. Dazu wird vorgeschlagen, daß die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 µm ausgefüllt sind.

DE 197 50 424 A 1

DE 197 50 424 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80°C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird.

Ein derartiges Verfahren ist aus der europäischen Patentschrift 0 603 207 B1 der Anmelderin bekannt. Der Anströmboden und die Größe und Form seiner Durchtrittsöffnungen können unterschiedlich sein, wie es bereits in der genannten Patentschrift im einzelnen dargestellt ist.

Bei diesem bekannten Verfahren tritt es immer wieder, insbesondere bei Unterbrechung des Betriebs, auf, daß Granulate durch die Öffnungen des Anströmbodens in den besonders heißen Bereich unterhalb des Bodens fallen, dort thermisch und farblich geschädigt werden und zum Teil wieder durch die Öffnungen des Anströmbodens in die Wirbelschicht gelangen, so daß das Endprodukt weiße Granulate mit braunen bis schwarzen Flecken enthält, die das gesamte Produkt gebrauchsuntauglich machen. Verbleiben die durch den Anströmboden nach unten gefallenen Partikel in diesem heißen Bereich, so ist nach jedem Stillstand der Anlage eine aufwendige Reinigung dieser Anströmzone und auch des Bodens selber, an dem diese Partikel anhaften, erforderlich.

Die Probleme treten insbesondere bei der Herstellung von Granulaten mit besonders hohen Schüttgewichten oberhalb von 500 g/l auf. Diese besonders schweren Partikel fallen teilweise sogar während des Betriebs entgegen der Wirbelluft durch die Durchtrittsöffnungen des Anströmbodens in den unteren heißen Bereich, aus welchem sie nach einer thermischen Zersetzung und einem Auseinanderbrechen durch die Wirbelluft wieder in die Wirbelschicht geblasen werden.

Ein weiteres schwerwiegendes Problem bei der Herstellung von Granulaten mit besonders hohen Schüttgewichten entsprechend dem bekannten Verfahren liegt im Anbacken der aufgrund ihres Tensidgehaltes klebrigen heißen Granulate auf dem Anströmboden und im Bereich seiner Durchtrittsöffnungen, wo sie den freien Querschnitt allmählich verengen, bis die Lüftung für das Wirbelgas den auf diese Weise entstandenen Druckverlust nicht mehr kompensieren kann. Die Anlage muß spätestens zu diesem Zeitpunkt abgeschaltet und der Anströmboden unter großem Aufwand von den zum Teil thermisch zersetzten Anbackungen befreit werden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens der eingangs genannten Art zu verbessern. Insbesondere soll die Dauer eines ununterbrochenen Betriebs einer entsprechenden Anlage erheblich verlängert werden. Außerdem soll die Qualität des erhaltenen Produktes so verbessert werden, daß nicht mehr die Gefahr von schwarzen oder braunen Flecken ("Stippen") auf den bevorzugt weißen Granulaten auftritt.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 µm bedeckt sind. Dabei kann das Gitternetz innerhalb oder oberhalb der Durchtrittsöffnungen angeordnet sein. Vorzugsweise liegt das Gitternetz jedoch unmittelbar unterhalb der Durchtrittsöffnungen des Anströmbodens.

In einer praktischen Ausführungsform kann auf die Unterseite eines an sich bekannten Anströmbodens eine Metall-Gaze mit der entsprechenden Maschenweite aufgesintert oder auf andere Weise befestigt sein. Die Metall-Gaze besteht vorzugsweise aus dem gleichen Material wie der Anströmboden, insbesondere aus Edelstahl.

Mit dem feinmaschigen Gitternetz wird ein Durchfallen von Partikeln insbesondere bei einem unplanmäßigen Stillstand der Granulationsanlage, aber im Falle der schweren Partikel mit Schüttgewichten um 1000 g/l auch während des Betriebes, verhindert.

Vorzugsweise liegt die Maschenweite des genannten Gitternetzes zwischen 200 und 400 µm.

Zum Entfernen der im Betrieb auftretenden Anbackungen an der Oberseite des Anströmbodens und auf dem die Durchtrittsöffnungen ausfüllenden Gitternetz ist ein Abschalten der Granulationsvorrichtung mit einem anschließenden manuellen Reinigen nicht mehr oder nur in weitaus längeren Zeitabständen erforderlich, wenn man in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung die Oberseite des Anströmbodens während des laufenden Betriebs mittels eines Schiebers, Kratzers oder dergleichen reinigt. Eine solche Reinigung kann manuell oder automatisch vorgenommen werden. Der dazu eingesetzte Kratzer oder Schaber kann aus einem thermisch beständigen Kunststoff, z. B. Polytetrafluorethylen (PTFE), bestehen, um eine Beschädigung des Anströmbodens mit Sicherheit auszuschließen.

In ähnlicher Weise ist es von Vorteil, wenn man die Innenseiten leicht zugänglicher Anlagenteile, insbesondere Rohrleitungen mit größerem Durchmesser, die zum allmählichen Zuwachsen durch anhaftende Produkte oder Produktbestandteile neigen, mittels mechanischer Schaber während des laufenden Betriebes reinigt. Als Beispiel für einen zum Anhaften neigenden Produktbestandteil von Wasch- und Reinigungsmitteln seien Fettalkoholsulfate (FAS) genannt, die bei erhöhten Temperaturen hydrolisieren können.

Von Vorteil ist es außerdem, wenn der eingesetzte Anströmboden einen Druckverlust von höchstens 10 mbar und insbesondere höchstens 6 mbar hat.

Bei der Durchführung des Granulationsverfahrens ist es nicht zu vermeiden, daß Überkorn, also Granulate mit Korngrößen oberhalb des gewünschten Bereiches, entsteht. Es ist bekannt, das Überkorn zu mahlen, das erhaltene Gutkorn, also die Granulate innerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches, dem fertigen Produktstrom zuzufügen und das Feinkorn, also die Granulate mit Korngrößen unterhalb des gewünschten Bereiches, in den Wirbelschichtapparat als Keime einzublasen.

Beim Vermahlen von besonders großem Überkorn treten jedoch Probleme auf. Diese Granulate sind im allgemeinen nicht vollständig durchgetrocknet und enthalten in ihrem Inneren die noch nicht kristallisierte Tensid-Zubereitungsform. Dieser flüssige bis pastöse und heiße Anteil backt an den Walzen der Mühle an, so daß die Walzen häufiger als üblich gereinigt werden müssen.

Zur weiteren Verbesserung der Wirtschaftlichkeit des eingangs genannten Verfahrens, in welchem man außerdem die erhaltenen Granulate mittels Sieben nach dem gewünschten Korngrößenbereich klassiert, wird daher vorgeschlagen, daß

man das beim Sieben erhaltene Unterkorn in die Wirbelschicht zurückführt, das oberhalb der gewünschten Korngröße, aber unterhalb einer vorgegebenen Größe liegende Überkorn mahlt und ebenfalls in die Wirbelschicht zurückführt und das oberhalb der vorgegebenen Größe liegende Überkorn sammelt, kühlt und erst danach mahlt und in die Wirbelschicht zurückführt.

Vorzugsweise liegt die genannte vorgegebene Korngröße bei etwa 10 mm. Der gewünschte Korngrößenbereich liegt vorzugsweise bei 0,4 bis 1,6 mm.

Günstig ist es im erfindungsgemäßen Verfahren, wenn die eingesetzte Tensid-Zubereitungsform eine Tensid-Konzentration von 35 bis 95 Gew.-% hat. Besonders geeignete Zusammensetzungen der Zubereitungsform sind in der EP 0 603 207 B1 genannt, auf die zum Ergänzen der Offenbarung ausdrücklich Bezug genommen wird.

Die eingesetzte wäßrige Tensid-Zubereitungsform hat eine relativ hohe Viskosität von 3 000 bis 20 000 mPa · s. Diese Zähigkeit erfordert eine Zweistoffverdüsung.

Beim Einsprühen der Tensid-Zubereitungsform in das Wirbelbett wird eine besonders feine Verteilung der Tröpfchen gewünscht. Die Gründe dafür liegen in der Notwendigkeit, neben den Granulaten im gewünschten Korngrößenbereich auch eine ausreichende Menge an Feinkorn, das als Keimmaterial dient, zu produzieren. Außerdem soll der Anteil an Überkorn, also an Granulaten mit Korngrößen oberhalb des gewünschten Bereichs, möglichst klein gehalten werden. Eine feine Verteilung der Tröpfchen hat den weiteren Vorteil einer im Vergleich zum Volumen relativen großen Oberfläche des Tröpfchens bzw. Partikels, so daß es nicht nur schnell, sondern auch vollständig auftrocknet und im Inneren kein gelartiger klebriger Bereich verbleibt, der bei der Lagerung sowie der Anwendung des fertigen Produkts zu Problemen führen kann.

Aus diesem Grunde wird vorgeschlagen, daß man die Tensid-Zubereitungsform in das Wirbelbett mittels mindestens einer Düse einsprüht, die mindestens einen zusätzlichen Düsenkanal für Druckluft, insbesondere Dralluft, zur feinen Vernebelung der Tensid-Zubereitungsform aufweist. Vorzugsweise liegt der Düsenkanal für die Druckluft außen und der Kanal für die Tensid-Zubereitungsform innen.

Je niedriger der Flüssigkeitsdurchsatz durch die Düse, desto höher ist der spezifische Luftverbrauch und desto feiner wird die Tropfenverteilung. Eine zu feine Tropfenverteilung ist allerdings nachteilig, da die Tröpfchen nahezu vollständig abtrocknen, bevor sie die im Wirbelbett vorhandenen Granulate erreichen, so daß der damit entstehende übergroße Anteil an Keimen schnell in den Filter des Wirbelschichtapparates geblasen wird. Außerdem erhält man im Falle von Tröpfchen, die sich beim Aufprall auf die bereits vorhandenen Granulate bereits teilweise verfestigt haben, nichtgewünschte relativ leichte Agglomerate, also ein Produkt mit einem zu niedrigen Schüttgewicht. Durch die Verwendung von geeigneten Düsen und einer Einstellung eines geeigneten Luftverbrauchs und Flüssigkeits-Durchsatzes läßt sich ein Produkt mit einem relativ hohen Schüttgewicht herstellen, wobei gleichzeitig eine ausreichende Menge an neuen Keimen erzeugt wird. Als besonders günstig hat es sich herausgestellt, wenn man eine Düse mit einem Luftverbrauch von 0,5 bis 1,3 kg Luft/kg Flüssigkeit bei einem Flüssigkeits-Durchsatz von 150 bis 850 kg/h einsetzt.

Grundsätzlich können die Düsen in unterschiedlicher Weise im Inneren des Wirbelschichtapparates angebracht sein. Bekannt ist es beispielsweise, die Düsen an Halterungen im Inneren des Wirbelschichtapparates anzubringen. An den Halterungen sowie an den in diesem Fall notwendigerweise im Inneren des Wirbelschichtapparates verlaufenden Versorgungsleitungen für die Düsen lagern sich jedoch in nachteiliger Weise Produktbestandteile ab, so daß eine Reinigung von Zeit zu Zeit erforderlich ist. Ein weiterer Nachteil bei dieser Anordnung besteht in einer möglichen Störung des Wirbelbettes durch die Halterungen und Versorgungsleitungen. Diese Anordnung der Düsen mit ihren Versorgungsleitungen wurde dennoch bisher gewählt, um sicherzustellen, daß eine gleichmäßige Besprühung des Wirbelbettes von oben nach unten erreicht wird.

Die Erfinder haben nun überraschenderweise herausgefunden, daß die erforderliche gleichmäßige Besprühung des Wirbelbettes von oben nach unten auch dann gewährleistet ist, wenn die Düsen unmittelbar an der Innenwand des Wirbelschichtapparates angebracht sind. Sie sind in diesem Fall schräg nach unten gerichtet. Es wird daher in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung vorgeschlagen, daß man die Tensid-Zubereitungsform mittels Düsen einsprüht, die an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtapparates angeordnet sind, wobei die Zuleitungen für die Düsen außerhalb des Wirbelschichtapparates verlaufen. Die Anordnung der Zuleitungen hat neben dem Vermeiden von Anbackungen den zusätzlichen Vorteil, daß Undichtigkeiten in den Zuleitungen sofort vom Bedienungspersonal erkannt und auf einfache Weise von außen behoben werden können. Bei dieser Anordnung der Düsen ist außerdem eine Eindüsung in unterschiedlichen Höhen möglich.

Im Wirbelschicht-Granulationsverfahren nach der genannten EP 0 603 207 B1 ist die Zugabe von Keimen nur zu Beginn des Verfahrens notwendig. Da bei der Produktion jedoch laufend Granulate außerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches des Gutproduktes entstehen, ist es aus wirtschaftlichen Gründen zweckmäßig, wenn man in einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung während des laufenden Verfahrens 1 bis 90 Gew.-%, insbesondere 2 bis 80 Gew.-% Keimmaterial, bezogen auf den Produktausstoß, dem Wirbelbett zuführt.

Vorzugsweise handelt es sich bei diesem Keimmaterial um hergestellte Granulate mit einer zu kleinen Korngröße oder entsprechende Granulate mit einer zu großen Korngröße, die aufgemahlen und abgesiebt worden sind.

Zu den eingesetzten und bevorzugten Wirbelluftgeschwindigkeiten wird auf die EP 0 603 207 B1 verwiesen. Die bevorzugte Eintrittstemperatur der Wirbelluft liegt bei 80 bis 230°C, die bevorzugte Luftaustrittstemperatur bei 30 bis 120°C.

Bereits im bekannten Verfahren wird das aus der Wirbelschicht abgezogene Produkt in einem Produktkühler gekühlt, bevor es abgepackt wird. Im Gegensatz zum bisherigen Verfahren ist es von Vorteil, wenn anstelle von Umgebungsluft zum Kühlen eine bereits gekühlte Zuluft insbesondere mit einer Temperatur von 5 bis 8°C eingesetzt wird, so daß in jedem Fall, auch an sehr heißen Sommertagen, eine Produkttemperatur von weniger als 35°C mit Sicherheit eingehalten wird. Auch die geringere absolute Feuchte dieser vorgekühlten Kühlluft hat für die wasch- und reinigungsaktiven Granulate Vorteile, da dem Produkt auf diese Weise weitere (Rest-) Feuchtigkeit entzogen wird, wodurch sich eine erhöhte Lagerstabilität einstellt.

Im oder am Produktkühler ist vorzugsweise ein Filter eingebaut, dessen Filterstaub als Keimmaterial in die Wirbel-

schicht zurückgeführt wird. Der Kühler arbeitet insbesondere selbstfördernd.

Von Vorteil ist außerdem das folgende Filtersystem für die eigentliche Wirbelbettanlage. Neben einem optionalen Aufsatzfilter ist ein separater Zyklon zur Abscheidung von Partikeln von einem externen Filtersystem vorgesehen. Die Auslegung der Filter hängt von den jeweiligen Stoffeigenschaften des zu granulierten Produktes und der anfallenden Staubmenge ab.

Die Fahrweise des verwendeten Brenners kann direkt oder indirekt sein. Bei direkter Fahrweise kommt das heiße Abgas des Brenners unmittelbar in Kontakt mit dem Wirbelbett. Bei indirekter Fahrweise, die hier bevorzugt ist, ist ein Wärmetauscher zwischengeschaltet, in welchem die Abgase das Wirbelgas, z. B. Luft, erhitzen.

Im folgenden werden Ausführungsbeispiele des erfindungsgemäßen Verfahrens näher beschrieben, welche in einer Vorrichtung nach **Fig.** 1 durchgeführt worden sind. Ein Produktfließschema wird in **Fig.** 2 dargestellt.

Fig. 1 zeigt eine zum Durchführen des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignete Vorrichtung in einer schematischen Darstellung. Die zu trocknende und zu granulierende Tensid-Zubereitungsform wird aus gerührten Vorlagen **1** unterschiedlicher Größe über Dosierpumpen **2** und eine Leitung **3** zum Wirbelschichtgranuliertrockner **4** geführt. Die Vorlagen **1** sind mit den Leitungen **3** für die Düsen **8** so verschaltet, daß unterschiedliche Pumpen **2** und Düsen **8** aus den Vorlagen **1** bedient werden können. Eine Mischung des Inhalts unterschiedlicher Vorlagen **1** zur Einstellung der gewünschten Rezeptur ist auf diese Weise möglich. Ein weiterer Vorteil liegt in der Möglichkeit, bei Störungen von einer Düse **8** auf eine andere Düse **8** umzuschalten, ohne daß der Betrieb des Granuliertrockners **4** unterbrochen werden muß.

Der Wirbelschichtgranuliertrockner **4** besteht im wesentlichen aus zwei Bereichen, nämlich einem oberen Bereich mit der Wirbelschichtzone **5** oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen versehenen Anströmbodens **6**. Die zum Aufrechterhalten der Wirbelschicht erforderliche Luft, die hier außerdem zum Trocknen dient, strömt aus dem unteren, besonderen heißen Bereich **7** nach oben durch die Durchtrittsöffnungen des Anströmbodens **6**.

Der Anströmboden **6** besteht in diesem Beispiel aus sechs kreissektorförmigen Elementen, wobei eine zentrale Kreisöffnung für das Fallrohr **13** freigehalten ist. Alternativ kann der Boden **6** auch einstückig sein. Der Anströmboden ist mit Löchern von 2 mm Durchmesser ausgerüstet, die einen Abstand von 10 mm (Lochteilung) haben. Im Betrieb bewegt sich der Partikelstrom an der Außenwand nach oben und von dort zum zentralen Austragsbereich hin, wo er mittels der im Fallrohr **13** nach oben strömenden Sichterluft klassiert wird. Die Granulate oberhalb eines bestimmten Korngrößenbereiches fallen durch das Fallrohr **13** nach unten zur Zellradschleuse **14**; die kleineren und leichteren Partikel bewegen sich in der Nähe des Anströmbodens wieder nach außen zur Seitenwand des Wirbelschichtgranuliertrockners **4**.

Um ein Durchfallen der erfindungsgemäß hergestellten relativ schweren Granulate durch die Öffnungen im Anströmboden zu vermeiden, ist unter dem Boden ein Drahtnetz mit einer Maschenweite von 0,3 mm gesintert. Der Druckverlust des gesamten Bodens steigt auf diese Weise von 2 mbar auf 6 mbar an. Bei dieser Ausgestaltung des Anströmbodens **6** wurde kein Durchfallen von Produkt mehr beobachtet im Gegensatz zu einem Boden ohne dieses Drahtnetz.

Die pastöse Tensid-Zubereitungsform wird über die Leitung **3** sechs Düsen **8** zugeführt und dort mittels Druckluft von etwa 3 bar, die den Düsen über die Leitung **9** zugeführt und innerhalb der Düsen **8** in eine Drallbewegung versetzt wird, in besonders feine Tröpfchen zerteilt. Die Düsen **8** sind an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtgranuliertrockners **4** angebracht und schräg nach unten gerichtet, wobei die Sprührichtung von außen verstellt werden kann. Die Tröpfchen prallen auf die Partikel des Wirbelbett auf, werden gleichzeitig getrocknet und lassen die Teilchen des Wirbelbettes zu größeren Granulaten anwachsen. Die für das Verfahren erforderlichen feinteiligen Feststoffe, die sogenannten Keime, werden über Leitungen **10**, **11**,**12** dem Wirbelbett zugeführt. Die Keime stammen aus unterschiedlichen Quellen, wie nachstehend noch erläutert wird.

Die Granulate, deren Korngröße im gewünschten Bereich oder darüber liegen, werden über ein Fallrohr **13** und eine Zellradschleuse **14** ausgetragen und einem Kühler **15** zugeführt. Zur Korngrößenklassierung läßt man Sichterluft von unten in das Fallrohr **13** eintreten. Diese Einzelheit ist der Übersichtlichkeit halber in **Fig.** 1 nicht dargestellt.

Die noch relativ heißen Granulate werden mit auf 5 bis 8°C temperierter Luft gekühlt, die über eine Leitung **16** zugeführt wird, verlassen den Kühler **15** über eine weitere Zellradschleuse **17** und werden von einem Transportband **8** einer Siebanlage **19** zugeführt. Die Abluft des Kühlers **15** wird mit einem Schlauch- bzw. Taschenfilter **20** gereinigt, wobei die abgefilterten Feinanteile als Keimmaterial wieder in die Wirbelschicht zurückgeführt werden.

Die Siebanlage **19** besteht aus mindestens zwei Siebdecks **21**. Überkorn **22** mit einer Größe von mehr als 10 mm wird gesammelt, gekühlt und erst später aufgemahlen, wenn dieses Überkorn auch im Inneren soweit abgekühlt ist, so daß dieses Korn durchgehend kristallisiert ist. Grobkörner mit einer Korngröße unterhalb von 10 mm, aber oberhalb des gewünschten Korngrößenbereiches werden über eine Schnecke **23** und eine pneumatische Steilförderstrecke **24** einer Walzenmühle (Walzenstuhl) **25** aufgegeben und dort vermahlen. Die Spaltweite des Walzenstuhls kann zwischen 0,4 mm und 1,2 mm eingestellt werden. Das vermahlene Gut kann entweder zur Siebanlage **19** (Leitung **26**) oder zurück in das Wirbelbett unmittelbar oberhalb des Anströmbodens (Leitung **27**) geführt werden.

Das aus der Siebanlage **19** erhaltene Gutkorn, also die Granulate innerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches, werden über die Leitung **28** abgezogen und verpackt.

Zur Vervollständigung des Wirbelschichtgranuliertrockners **4** ist eine Filteranlage **29** mit einem Schlauch- oder Taschenfilter auf Nadelfilzbasis für die Abluft sowie ein Brenner **30** zum Erhitzen der über die Leitung **31** zugeführten Wirbelluft vorgesehen. Hier wird mit einer sogenannten direkten Fahrweise des Brenners gearbeitet. Die Anlage ist außerdem mit einem Notkamin **33** hinter dem Brenner **30** ausgerüstet. Hierdurch kann die heiße Luft aus dem Brenner (Nachwärme) im Notfall direkt an die Umgebung abgegeben werden, ohne die organischen Bestandteile in der Wirbelschicht zusätzlich zu erwärmen oder zu fluidisieren. Im Brandfall wird der Brandherd schnell über eine Wassereindüsung aus einer speziell installierten Einrichtung gelöscht. Da keine Zuluft mehr durch die Wirbelschicht geschickt wird, kann ein Brand nicht erneut angefacht werden, und die Sauerstoffzufuhr wird gleichzeitig unterbunden.

Die Abluft aus der Filteranlage **29** kann nach einer Gaswäsche wieder als Zuluft für den Brenner **30** bzw. den entsprechenden Wärmetauscher eingesetzt werden. Auf diese Weise kann ein Umluftbetrieb ohne Emissionen erreicht werden.

Die in der Filteranlage **29** anfallenden Feinanteile werden über eine Zellradschleuse **32** und die Leitung **12** dem Wirbelbett ebenfalls als Keimmaterial wieder zugegeben.

Bei der Granulation und Trocknung von klebrigen Produkten ist der Einsatz von Räumschleusen von Vorteil. Unter Räumschleusen werden Schleusen für Pulver bzw. Granulate mit einer Möglichkeit zur Zwangsräumung verstanden. Günstig ist der Einsatz derartiger Räumschleusen im Bereich zwischen der Wirbelschicht und der Zellenradschleuse **14**, vor der Zellenradschleuse **32** des Hauptfilters **29** sowie zwischen dem Kühler **15** und der nachgeschalteten Zellenradschleuse **17**. Bei klebrigen Produkten wird auf diese Weise vermieden, daß die Zellenradschleuse verklebt.

In **Fig. 2** wird noch einmal zusammenfassend ein erfindungsgemäßes Ausführungsbeispiel des Verfahrens anhand eines Produktfließschemas gezeigt. Die hier verwendeten Bezugszeichen haben die gleiche Bedeutung wie in **Fig. 1**. Die durchgezogenen Linien kennzeichnen eine kontinuierliche, die gestrichelten Linien eine diskontinuierliche Durchführung der entsprechenden Verfahrensschritte.

Das im Wirbelschichtgranuliertrockner **4** hergestellte Produkt wird im Wirbelschichtkühler **15** heruntergekühlt, bevor es auf eine Taumelsiebmaschine **19** gegeben wird. Das Gutkorn gelangt zur Abfüllung **34**; das Überkorn wird über eine Vorlage **35** und eine Dosierung **36** einem Walzenstuhl **25** aufgegeben. Alternativ kann das Überkorn auch in einer weiteren Vorlage **37** gesammelt und in Big Bags **38** abgefüllt und gelagert werden. Später können die Big Bags dosiert entleert werden (Bezugszeichen **39**) und dem Walzenstuhl **25** zugeführt werden. Das besonders große Überkorn wird ebenfalls in Big Bags **40** gelagert und später dem genannten Walzenstuhl **25** oder einem anderen Walzenstuhl **41** zugeführt, wobei das gemahlene Produkt wiederum in Big Bags **42** zur späteren Verwendung abgefüllt wird.

Das vom Walzenstuhl **25** erhaltene gemahlene Produkt wird je nach Korngröße entweder dem Wirbelschichtgranuliertrockner **4** als Keimmaterial (Leitung **43**) oder dem Wirbelschichtkühler **15** (Leitung **44**) zugeleitet.

Dem Wirbelschichtgranuliertrockner **4** wird Keimmaterial auch aus anderen Quellen zugeführt, nämlich Feinkorn aus dem Abgasfilter **29**, aus einem Silo **45** und aus den Big Bags **42**.

In der nachfolgenden Tabelle werden Parameter zweier erfindungsgemäßer Verfahrensbeispiele angegeben. Als Sulfate wurden Natriumsalze eingesetzt. Unter "Fettalkoholsulfat" sind hier Sulfate, hergestellt aus einer Fettalkoholmischung mit den folgenden Anteilen, zu verstehen:

C_{12}-Fettalkohol	13 Gew.-%
C_{14}-Fettalkohol	6,5 Gew.-%
C_{16}-Fettalkohol	26 Gew.-%
C_{18}-Fettalkohol	53 Gew.-%

Der Rest zu 100 Gew.-% verteilt sich auf andere Fettalkohole.

Parameter	Fettalkoholsulfat	Laurylalkoholsulfat
Pastentemperatur	70 °C	40 °C
Pastenviskosität	10.000 mPas	3.000 mPas
Maschenweite des Gitternetzes	300 µm	300 µm
Druckverlust des Anströmbodens	6 mbar	6 mbar
Siebschnitt	≤ 1,6 mm	< 1,25 mm
Tensidkonzentration des Granulats	90 %	47 %
Luftverbrauch	0,7 kg Luft/kg Flüssigkeit	0,7 kg Luft/kg Flüssigkeit
Düsendurchsatz Paste	650 kg/h	650 kg/h
Eintrittstemperatur der Wirbelluft	230 °C	210 °C
Luftaustrittstemperatur	90 °C	60 °C
Schüttgewicht	600 g/l	700 g/l

Bezugszeichenliste

1 Vorlage
2 Dosierpumpe
3 Leitung
4 Wirbelschichtgranuliertrockner
5 Wirbelschichtzone

6 Anströmboden
7 unterer Bereich
8 Düse
9, 10, 11, 12 Leitung
13 Fallrohr
14 Zellradschleuse
15 Kühler
16 Leitung
17 Zellradschleuse
18 Transportband
19 Siebanlage
20 Schlauch- bzw. Taschenfilter
21 Siebdeck
22 Überkorn
23 Schnecke
24 pneumatische Steilförderstrecke
25 Walzenmühle
26, 27, 28 Leitung
29 Filteranlage
30 Brenner
31 Leitung
32 Zellradschleuse
33 Notkamin
34 Abfüllung
35 Vorlage
36 Dosierung
37 Vorlage
38 Big Bags
39 Entleerung
40 Big Bags
41 Walzenstuhl
42 Big Bags
43, 44 Leitung

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80°C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 µm bedeckt sind.

2. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Maschenweite des Gitternetzes zwischen 200 und 400 µm liegt.

3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Oberseite des Anströmbodens während des laufenden Betriebs mittels eines Schiebers, Kratzers oder dergleichen reinigt.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Anströmboden einen Druckverlust von höchstens 10 mbar und insbesondere höchstens 6 mbar hat.

5. Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80°C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird, und wobei man die erhaltenen Granulate mittels Sieben nach dem gewünschten Korngrößenbereich klassiert, dadurch gekennzeichnet, daß man das beim Sieben erhaltene Unterkorn in die Wirbelschicht zurückführt, das oberhalb der gewünschten Korngröße, aber unterhalb einer vorgegebenen Größe liegende Überkorn mahlt und ebenfalls in die Wirbelschicht zurückführt und das oberhalb der vorgegebenen Größe liegende Überkorn sammelt, kühlt und erst danach mahlt und in die Wirbelschicht zurückführt.

6. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die vorgegebene Korngröße bei etwa 10 mm liegt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die eingesetzte Tensid-Zubereitungsform eine Tensid-Konzentration von 35 bis 95 Gew.-% hat.

8. Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80°C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durch-

trittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird, dadurch gekennzeichnet, daß man die Tensid-Zubereitungsform in das Wirbelbett mittels mindestens einer Düse einsprüht, die mindestens einen zusätzlichen Düsenkanal für Druckluft, insbesondere Drallluft, zur feinen Vernebelung der Tensid-Zubereitungsform aufweist.

9. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Düse mit einem Luftverbrauch von 0,5 bis 1,3 kg Luft/kg Flüssigkeit bei einem Flüssigkeits-Durchsatz von 150 bis 850 kg/h einsetzt.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die Tensid-Zubereitungsform mittels Düsen einsprüht, die an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtapparates angeordnet sind, wobei die Zuleitungen für die Düsen außerhalb des Wirbelschichtapparates verlaufen.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man während des laufenden Verfahrens 1 bis 90 Gew.-%, insbesondere 2 bis 80 Gew.-% Keimmaterial, bezogen auf den Produktausstoß, dem Wirbelbett zuführt.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man das aus der Wirbelschicht abgezogene Produkt mit auf 5 bis 8°C temperierter Luft kühlt.

Hierzu 2 Seiten) Zeichnungen

- Leerseite -

Numm r: DE 197 50 424 A1
Int. Cl.[6]: C 11 D 17/00
Offenlegungstag: 20. Mai 1999

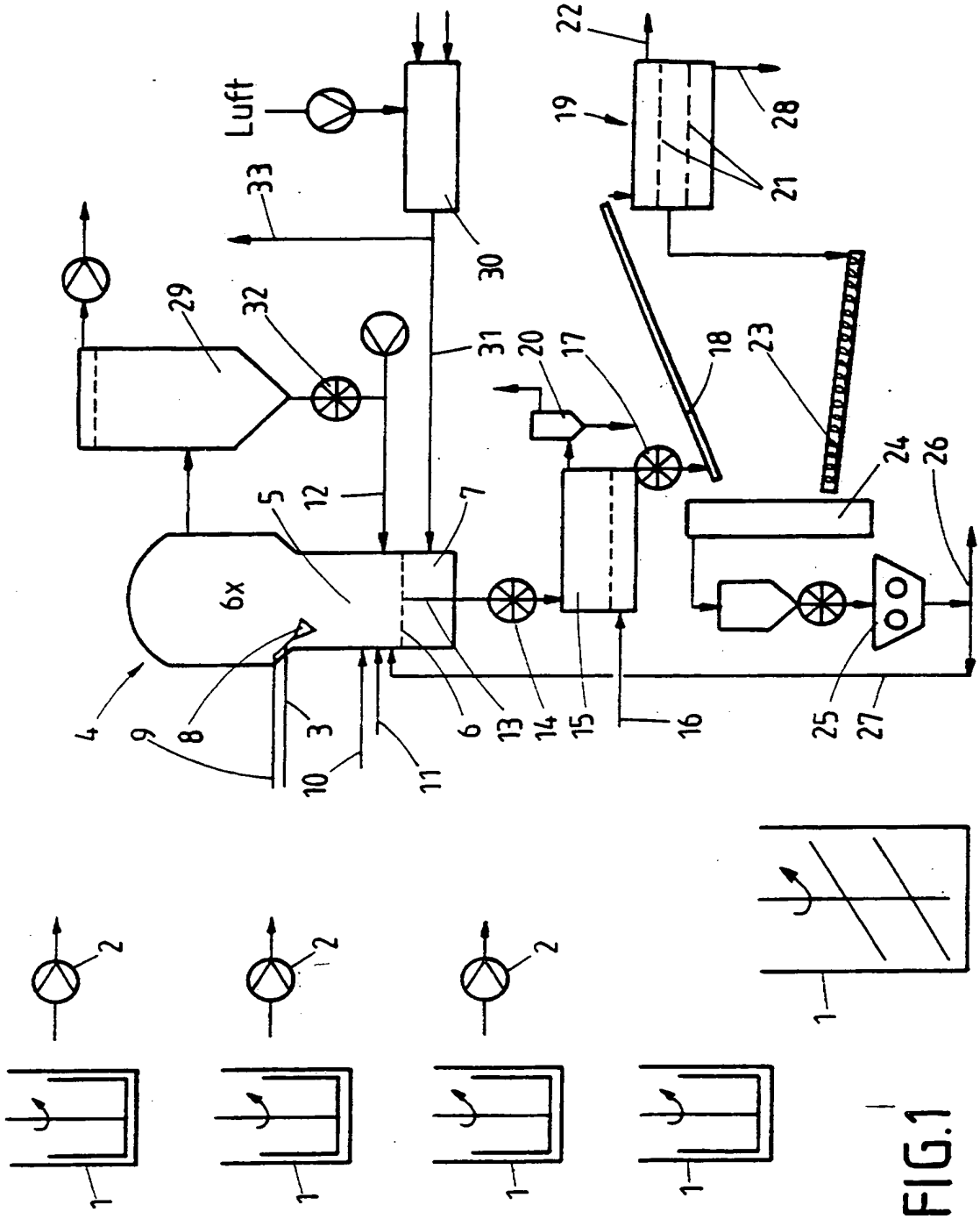


FIG.1

Nummer: DE 197 50 424 A1
Int. Cl.[6]: C 11 D 17/00
Offenlegungstag: 20. Mai 1999

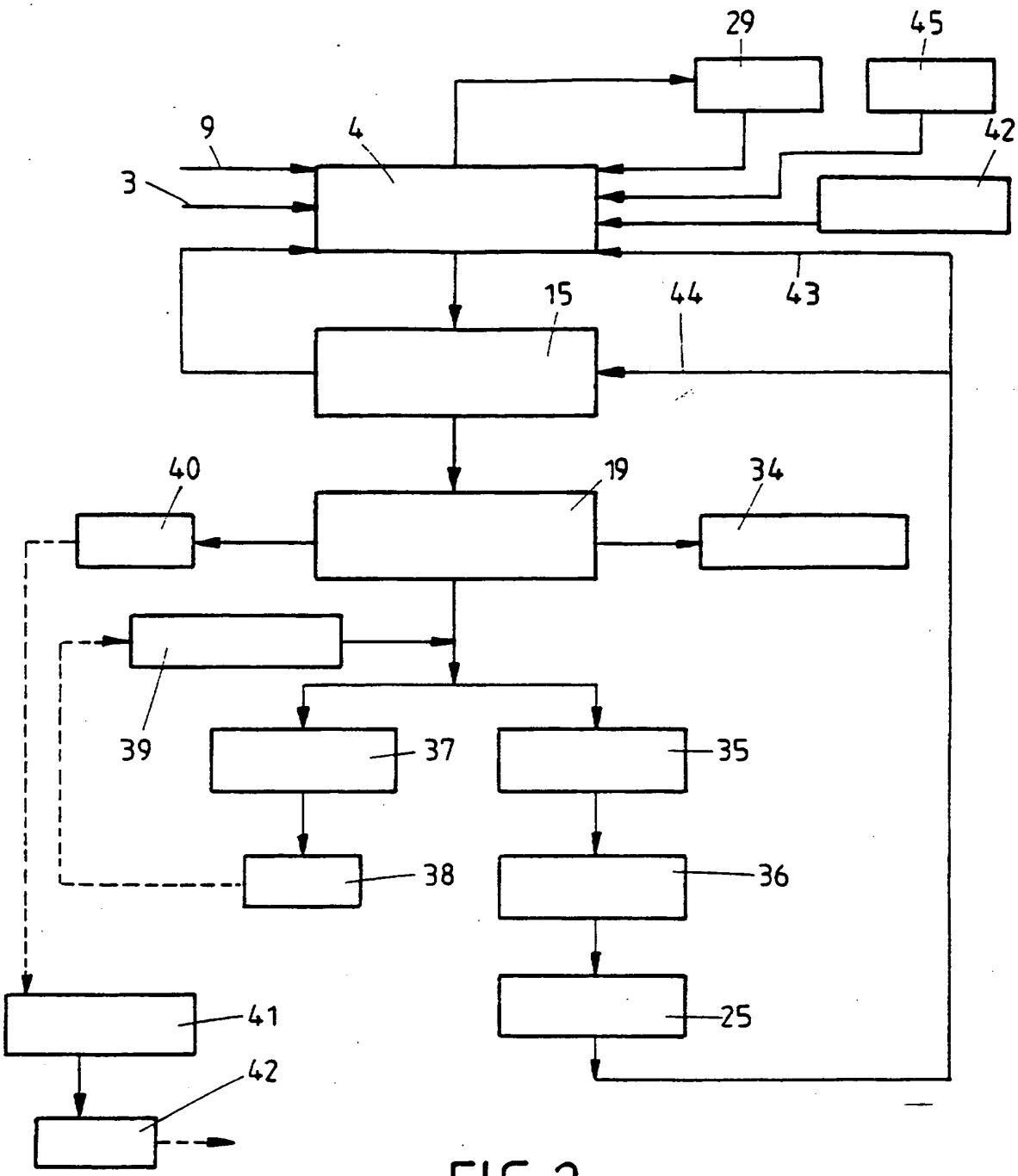


FIG.2